

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **09239912 A**

(43) Date of publication of application: **16.09.97**

(51) Int. Cl

B32B 27/00
B01J 20/26
C08F 2/00
C08J 9/20

(21) Application number: **08084753**

(22) Date of filing: **13.03.96**

(71) Applicant: **MITSUBISHI CHEM CORP**

(72) Inventor: **TSUCHIYA HIROYOSHI**
ITO KICHI
YAMASHITA MASAYUKI

**(54) WATER ABSORPTIVE COMPOSITE MATERIAL
AND ITS MANUFACTURE**

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for preparing a water absorbent composite material which has good water absorption and high water absorption velocity and in which most of water absorptive polymer particles are fixed stably as granulated agglomerates on/in a fibrous backing, and swelled gel after water absorption is fixed stably.

SOLUTION: After water absorptive polymer particles impregnated with a water soluble ethylenic unsaturated monomer being arranged on/in a fibrous backing, the monomer in the water absorptive polymer particles is polymerized so that coagulated particles which are formed by the integration of the water absorptive polymer particles by bonding to each other are fixed on/in the fibrous backing.

COPYRIGHT: (C)1997,JPO

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-239912

(43)公開日 平成9年(1997)9月16日

(51)Int.Cl. [*]	識別記号	序内登録番号	F I	技術表示箇所
B 3 2 B 27/00			B 3 2 B 27/00	K
B 0 1 J 20/26			B 0 1 J 20/26	D
C 0 8 F 2/00	M C T		C 0 8 F 2/00	M C T
C 0 8 J 9/20	C E S		C 0 8 J 9/20	C E S

審査請求 未請求 請求項の数11 FD (全 11 頁)

(21)出願番号	特願平8-84753	(71)出願人	000005968 三菱化学株式会社 東京都千代田区丸の内二丁目5番2号
(22)出願日	平成8年(1996)3月13日	(72)発明者	土屋裕範 三重県四日市市東邦町1番地 三菱化学株式会社四日市総合研究所内
		(72)発明者	伊藤喜一 三重県四日市市東邦町1番地 三菱化学株式会社四日市総合研究所内
		(72)発明者	山下正行 三重県四日市市東邦町1番地 三菱化学株式会社四日市総合研究所内
		(74)代理人	弁理士 佐藤一雄 (外2名)

(54)【発明の名称】 吸水性複合体及びその製造方法

(57)【要約】

【課題】 吸水性に優れ、吸水速度が大きく、高吸水性ポリマー粒子の大半が適度な造粒凝集体となって繊維質基材上或いは基材中に安定性良く固定され、吸水後の膨潤ゲルの固定性も良好な吸水性複合体の製造方法を提供する。

【解決手段】 水溶性エチレン性不飽和モノマー含浸吸水性ポリマー粒子を、繊維質基材上或いは基材中に配置した後、該吸水性ポリマー粒子中のエチレン性不飽和モノマーを重合させることにより、前記繊維質基材上或いは基材中に、吸水性ポリマーが吸水性ポリマー粒子同志が結合して一体となった凝集粒状体となって固定化されている吸水性複合体及びその製造方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】水溶性エチレン不飽和モノマー含浸吸水性ポリマー粒子を、繊維質基材上或いは基材中に配置した後、該吸水性ポリマー粒子中のエチレン不飽和モノマーを重合させることにより、前記繊維質基材上或いは基材中に吸水性ポリマー粒子を固定化させることを特徴とする吸水性複合体の製造方法。

【請求項2】水溶性エチレン不飽和モノマーが、吸水性ポリマー粒子100重量部に対して10～300重量部の割合で含浸されたものである、請求項1に記載の吸水性複合体の製造方法。

【請求項3】水溶性エチレン不飽和モノマー含浸吸水性ポリマー粒子が、逆相懸濁重合によって得られた吸水性ポリマー粒子と懸濁液に、水溶性エチレン不飽和モノマーを添加して、該吸水性ポリマー粒子懸濁液中の吸水性ポリマー粒子に水溶性エチレン不飽和モノマーを吸被させたものである、請求項1又は2に記載の吸水性複合体の製造方法。

【請求項4】水溶性エチレン不飽和モノマー含浸吸水性ポリマー粒子を、繊維質基材上或いは基材中に配置させる方法が、塗布法、散布法、含浸法のいずれかの方法、或いは、これらの組み合わせた方法の中より選択された方法である、請求項1～3のいずれかに記載の吸水性複合体の製造方法。

【請求項5】繊維質基材が、合成繊維、天然繊維、半合成繊維及び無機繊維のいずれか、或いは、これらの組み合わせの中より選択されたものである請求項1～4のいずれかに記載の吸水性複合体の製造方法。

【請求項6】繊維質基材上或いは基材中に、吸水性ポリマーが吸水性ポリマー粒子同志が接着して一體となった凝集粒状体となって固定化されていることを特徴とする請求項1に記載の方法により得られた吸水性複合体。

【請求項7】吸水性ポリマー粒子の凝集粒状体が、基材繊維の回りを包囲して吸水性ポリマー粒子同志が結着して繊維質基材に固定化されている請求項6に記載の吸水性複合体。

【請求項8】吸水性ポリマー粒子の凝集粒状体が、吸水性ポリマー粒子同志互いに結着されたものである請求項6又は7に記載の吸水性複合体。

【請求項9】吸水性ポリマー粒子の凝集粒状体が、エチレン不飽和モノマーの重合により結着したものである請求項8に記載の吸水性複合体。

【請求項10】吸水性ポリマー粒子の凝集粒状体が、10～2,000μmの大きさの二次粒子である請求項6又は7に記載の吸水性複合体。

【請求項11】繊維質基材が、合成繊維、天然繊維、半合成繊維及び無機繊維のいずれか、或いは、これらの組み合わせの中より選択されたものである請求項6又は7に記載の吸水性複合体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、繊維質基材上或いは基材中に、吸水性ポリマー粒子を粒状凝集体として固定化させた吸水性複合体及びその製造方法に関する。更に詳しくは、繊維質基材上或いは基材中に、水溶性エチレン不飽和モノマー含浸吸水性ポリマー粒子を配置した後、該吸水性ポリマー中のエチレン不飽和モノマーを重合させることにより、繊維質基材上或いは基材中で吸水性ポリマー粒子が延伸した粒状凝集体とし固定化させた吸水性複合体及びその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来、紙、パルプ、不織布、スポンジ状ウレタン樹脂等は、保水剤として生理用ナプキン、紙おむつ等を始めとする各種の衛生材料及び各種の農業用材料等として使用されてきた。しかし、これらの材料はその吸水量が自重の10～50倍程度に過ぎないので、多量の水を吸水又は保持させるためには多量の材料が必要であって、著しく嵩高になるばかりでなく、また、吸水した材料を加圧すると、簡単に水分を放出してしまう等の欠点があった。

【0003】この種の吸水材料の上記欠点を改善することを目的として、近年、高吸水性の種々の高分子材料が提案されている。例えば、澱粉のグラフト重合体（特公昭3-46199号公報等）、セルロース変性体（特公昭50-80376号公報等）、水溶性高分子の架橋物（特公昭43-23462号公報等）、自己架橋型アクリル酸アルカリ金属塩ポリマー（特公昭5-3071号公報等）等が提案されている。しかしながら、これららの高吸水性高分子材料は、その吸水性能はかなり高いレベルを有するものであるが、その後どちらか粉末状として得られるために、例えば、生理用ナプキン、紙おむつ等の衛生材料として使用するためにはティッシュ、不織布、綿等の基材上に吸水性ポリマー粉末を均一に分散させる必要がある。しかし、この様な方法で分散させた吸水性ポリマー粉末は、繊維質基材上に安定性良く固定することが困難であって、均一に分散させた後も一部局所に集合化することが多く、また、吸水後の膨潤ゲルも安定性良く繊維質基材に固定されず、繊維質基材から容易に移動してしまった。更に、上記の様な粉末状ポリマーを繊維質基材に均一に分散させて吸収体を得る方法では、繊維質基材上からポリマー粉末が漏れ難いばかりか、粉末の取り扱いに伴なう煩雑さ、並びに、均一な分散を効率良く行なうまでのプロセス上の問題等により、コスト的にも極めて割高となる。

【0004】これらの問題を解決する方法として、バインダーによりポリマー粉末を基材上に固定する方法、また、ポリアクリル酸金属基水溶液を基材上にコーティングした後、加熱乾燥工程で架橋を導入する方法等が知られているが、前者はバインダーを用いることによる工程

の煩雑さ、後者は吸水性能が十分に発現し難い等の欠点がある。また、繊維質基材にアクリル酸系モノマー水溶液を含浸して複合体を製造し、これに電磁放射線又は微粒子性イオン化放射線を照射することにより、アクリル酸系モノマーを高吸水性ポリマーに転換させて吸水性複合体を製造する方法が報告されている（特公平3-67712号公報参照）。この方法によれば、上記の粉体を取り扱う上での均一な分散及び繊維質基材上への安定した固定化の点ではかなりの改良が見られるものの、アクリル酸系モノマーを高吸水性ポリマーに転換するに当たって、電磁放射線又は微粒子性イオン化放射線を使用するために、高吸水性ポリマーの架橋化反応が極めて進み易く、その結果、吸収体としての性能、特に吸収能が著しく小さくなり、通常、前記粉末状高吸水性ポリマーを使用した場合に比較して吸水能が半分以下となってしまう欠点がある。特に、該重合性のアクリル酸系モノマー水溶液を繊維質基材が吸収してしまうため、重合後の複合体は板状の極めて固いものとなり、実際に使用する場合には、板状物質を破碎して用いなければならなくなるし、繊維質基材の膨脹阻害効果等が生じて、吸収能、特に吸水能が著しく小さいものとなってしまう。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、前記從来技術の欠点を改良し、吸水性に優れ、吸水速度が大きく、高吸水性ポリマーの大部分が濃度無駄状態となつて、繊維質基材上或いは基材中に安定性良く固定されており、しかも、吸水した後の膨脹率の固定性にも優れている吸収性複合体及びその製造方法を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者は、前述の課題を解決するため種々研究を重ねた結果、繊維質基材上或いは基材中に、水溶性エチレン性不飽和モノマー含浸吸水性ポリマー粒子を配置した後、吸収性ポリマー中のエチレン性不飽和モノマーを重合させることにより、吸水性ポリマー粒子が凝集した凝集体として固定化させて本発明を完成するに至ったものである。すなわち、本発明の吸水性複合体の製造方法は、繊維質基材上或いは基材中に、水溶性エチレン性不飽和モノマー含浸吸水性ポリマー粒子を配置した後、ポリマー中のモノマーを重合させることにより、基材上或いは基材中にポリマー粒子を固定化することを特徴とするものである。本発明のもう一つの発明である吸水性複合体は、繊維質基材上或いは基材中に、吸水性ポリマーが吸水性ポリマー粒子同志が結合して一体となった凝集粒状体となって固定化されていることを特徴とする吸水性複合体。

【0007】

【発明の実施の形態】

(I) 吸水性複合体の製造方法

(1) 水溶性エチレン性不飽和モノマー含浸吸水性ポリ

マ粒子

(a) 原材料

吸水性ポリマー粒子

本発明において使用される吸水性ポリマー粒子は、特に限定されず、本発明は任意の吸水性ポリマーが適用可能である。具体的には、例えば、ポリアクリル酸ソーダ等のアクリル酸塩系重合体架橋物、アクリル酸エチル・酢酸ビニル共重合体架橋物の鹼化物、デンプン・アクリル酸塩グラフト共重合体架橋物、デンプン・アクリロニトリルグラフト共重合体架橋物の鹼化物、無水マレイン酸グラフトポリビニルアルコール架橋体等を挙げることができる。これら吸水性ポリマーの中でポリアクリル酸ソーダ等のアクリル酸塩系重合体架橋物を用いることが好ましい。

【0008】これらの吸水性ポリマーは、アクリル酸ソーダ等のアクリル酸塩、アクリル酸エチル・酢酸ビニル、デンプンとアクリル酸塩、デンプンとアクリロニトリル、無水マレイン酸とビニルアルコール等を公知の特許公報（例えば、特公昭54-30710号公報）等に記載される逆相懸濁重合、逆相乳化重合、水溶被重合等をすることによって製造されるが、本発明で使用される吸水性ポリマーは、重合後、脱水、粉碎、表面架橋、乾燥等の工程を経て得られた製品の吸水性ポリマー粒子、或いは、重合を行なった後の含水ゲルを表面処理等を行なわず、脱水、粉碎、乾燥等のみを経て得られた吸水性ポリマー粒子、更に重合のみを行なったものも用いられ、これらは通常含水ゲル状となっている。本発明では上記重合方法のうち、逆相懸濁重合或いは逆相乳化重合によって得られた吸水性ポリマー粒子で、アクリル酸塩系重合体架橋物を用いることが好ましい。

【0009】更に、本発明で用いられる吸水性ポリマー粒子としては、逆相懸濁重合或いは逆相乳化重合によって得られた含水ゲル状態となったものが好ましく、通常、これらは重合用不活性溶媒中にスラリー状態となって存在している。吸水性ポリマー粒子の粒子径は、平均粒径が1.0～50.0μm、特に5.0～30.0μmのものが好ましい。この粒径はJIS規格の標準準則を用い、質量基準の粒径分布を求め、質量基準の50%粒子径を求めるこことによって測定したものである。

【0010】水溶性エチレン性不飽和モノマー
本発明において使用される水溶性エチレン性不飽和モノマーとしては、前記水溶性エチレン性不飽和モノマー含浸吸水性ポリマーを製造する際に用いられるモノマーであり、前記吸水性ポリマーに含浸するものであれば特に制限はない。具体的には、例えば、カルボン酸基を含有する水溶性エチレン性不飽和モノマー、スルホン酸基を含有する水溶性エチレン性不飽和モノマー、磷酸基を含有する水溶性エチレン性不飽和モノマー等を挙げることができる。

【0011】上記カルボン酸基を含有する水溶性エチ

ン性不飽和モノマーとしては、不飽和モノ又はポリカルボン酸〔(メタ)アクリル酸(アクリル酸及び)又はメタクリル酸〕をいう。以下同様の記載を用いる。)、クロトン酸、ソルビン酸、マレイイン酸、イタコイン酸、ケイヒ酸等〕、それらの無水物〔無水マレイイン酸等〕等を挙げることができる。上記スルホン酸基を含有する水溶性エチレン性不飽和モノマーとしては、脂肪族又は芳香族ビニルスルホン酸(ビニルスルホン酸、アリルスルホン酸、ビニルトルエンスルホン酸、ステレンスルホン酸等)、〔(メタ)アクリルスルホン酸〔(メタ)アクリル酸スルホエチル、(メタ)アクリル酸スルホプロピル等〕、〔(メタ)アクリラミドスルホン酸〔2-アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸等〕等を挙げができる。これらの酸基を含有する水溶性エチレン性不飽和モノマーは、単独で使用しても良く、また、2種以上併用しても良い。これらの中で好ましいものはカルボン酸基又はスルホン酸基を含有する水溶性エチレン性不飽和モノマーである。

【0012】酸基を含有する水溶性エチレン性不飽和モノマーとしては、水溶性塩としても使用でき、その塩の例としては、アルカリ金属塩(ナトリウム、カリウム、リチウム等の塩)、アルカリ土類金属塩(カルシウム、マグネシウム等の塩)、アモンニウム塩及びアミン塩(メチルアミン、トリメチルアミン等のアルキルアミンの塩:トリエタノールアミン、ジエタノールアミン等の塩)及びこれらの2種以上併用したものを挙げることができる。これらの中で好ましいものは、ナトリウム塩及びカリウム塩である。

【0013】水溶性エチレン性不飽和モノマー水溶液の添加量は、前述吸水性ポリマー100重量部に対して10~300重量部、好ましくは30~200重量部、更に好ましくは50~150重量部の範囲とするのが良い。ここで添加量は水溶性エチレン性不飽和モノマー水溶液及び吸水性ポリマーとも水分を含まないものの量、すなわち、乾燥基礎での量をいう。なお、この水溶性エチレン性不飽和モノマー水溶液には、必要に応じて重合開始剤や架橋剤を含有させてよい。

【0014】重合開始剤

本発明において使用される重合開始剤としては、水溶性ラジカル重合開始剤である。具体的には、例えば、過酸化水素、過硫酸カリウム、過硫酸ナトリウム、過硫酸アンモニウム等の過硫酸塩、2, 2'-アソビス-(2-アミジン)プロパン、2-塩酸塩、2, 2'-アソビス-(N, N'-ジメチレンイソブチラムアミン)2塩酸塩、2, 2'-アソビス(2-メチル-N-[1, 1-ビス(ヒドロキシメチル)-2-ヒドロキシエチル]ブロビオンアミド)等のアソ系開始剤等を挙げることができる。これらの水溶性ラジカル開始剤は混合して使用しても良い。また、過酸化水素、過硫酸塩は、例えば、亜硫酸塩、L-アスコルビン酸等の還元性物質やアミン類

10

20

30

40

50

等を組み合わせてレドックス型の開始剤としても使用できる。これらの重合開始剤の使用量はエチレン性不飽和モノマーに対して0.001~5重量%、好ましくは0.01~1重量%の範囲で用いるのが適当である。

【0015】架橋剤

本発明において使用される架橋剤としては、重合性不飽和基及び/又は反応性官能基を2個以上有する架橋剤を挙げができる。上記重合性不飽和基を2個以上有する架橋剤としては、エチレングリコール、プロピレングリコール、トリメチロールプロパン、グリセリンボリオキシエチレングリコール、ボリオキシプロピレングリコール、ボリグリセリン等のポリオール類のジ又はトリ(メタ)アクリル酸エチル類、前記ボリオール類とマレイイン酸、フマル酸等の不飽和酸類とを反応させて得られる不飽和ポリエチル類、N, N'-メチレンビス(メタ)アクリラミド等のビス(メタ)アクリルアミド類、ボリエボキシド(メタ)アクリル酸とを反応させて得られるジ又はトリ(メタ)アクリル酸エチル類、トリエンジソシアネット、ヘキサメチレンジソシアネット等のボリイソシアネットと(メタ)アクリル酸ヒドロキシエチルとを反応させて得られるジ(メタ)アクリル酸カルバミンエチル類、アリル化糊粉、アリル化セルロース、ジアリルフタレー、その他テトラアリロキシエタン、ベンタエリスリトールテトラアリルエーテル、トリメチロールプロパンアリルエーテル、ジエチレングリコールジアリルエーテル、トリアリルトリメチルエーテル等の多価アリル系を挙げることができる。これらの中でも本発明ではエチレングリコール(メタ)アクリレート、ボリエチレングリコールジ(メタ)アクリレート、プロピレングリコールジ(メタ)アクリレート、ボリプロピレングリコールジ(メタ)アクリレート、N, N'-メチレンビス(メタ)アクリルアミド等が通常使用される。

【0016】反応性官能基を2個以上有する架橋剤としては、例えば、ジグリシジルエーテル化合物、ハロエボキシ化合物、イソシアネット化合物等を挙げができる。これらの中では特にジグリシジルエーテル化合物を用いることが好ましい。ジグリシジルエーテル化合物の具体例としては、エチレングリコールジグリシジルエーテル、ボリエチレングリコールジグリシジルエーテル、プロピレングリコールジグリシジルエーテル、ボリプロピレングリコールジグリシジルエーテル、グリセリンジグリシジルエーテル、ボリグリセリンジグリシジルエーテル等を挙げができる。これらの中でもエチレングリコールジグリシジルエーテルが好ましい。その他ハロエボキシ化合物としては、エピクロルヒドリン、エピブロムヒドリン、 β -メチルエピクロルヒドリン等を挙げができる。イソシアネット化合物としては、2, 4-トリエンジソシアネット、ヘキサメチレンジソシアネット等を挙げができる。上記の様

な架橋剤の使用量は、通常、水溶性エチレン性不飽和モノマーに対して0~10重量%、好ましくは0.001~5重量%である。

【0017】(b) 含浸工程

含浸方法

本含浸工程における上記水溶性エチレン性不飽和モノマーを前記吸水性ポリマーに含浸させる方法としては、① 予め重合、乾燥して得られた吸水性ポリマーを水溶性エチレン性不飽和モノマー水溶液に分散させ、含浸させる方法。

② 不活性浴媒下、スラリー状態にある重合終了後の吸水性ポリマーに、水溶性エチレン性不飽和モノマー水溶液を添加する方法等を挙げることができる。この際の水溶性エチレン性不飽和モノマー水溶液の濃度は、通常10~80重量%である。

【0018】上記②の方法としては、予め重合・乾燥して得られた吸水性ポリマーをシロヘキサン、ノルマルヘキサン等の不活性浴媒を用いてスラリー状態にしても良い。また、重合後の懸濁液をそのまま用いて、これに水溶性エチレン性不飽和モノマー水溶液を添加しても良い。重合後、直接添加する場合は、一旦、重合開始温度以下に下げて重合を終了させた後、水溶性エチレン性不飽和モノマー水溶液を添加する。本発明では、不活性浴媒下、スラリー状態にある重合終了後の吸水性ポリマーに、水溶性エチレン性不飽和モノマー水溶液を添加し、含浸させる上記②の方法が好ましく、特に逆相懸濁重合によって得られた吸水性ポリマー粒子の重合終了後の懸濁液に、水溶性エチレン性不飽和モノマー水溶液を追加し、懸濁液中のポリマー粒子に水溶性エチレン性不飽和モノマー水溶液を吸被させる方法が好ましい。このような方法によれば、効率的に、かつ均一に重合性モノマーを吸水性ポリマーに含浸させることができ、しかも、水溶性エチレン性不飽和モノマー水溶液を含浸した吸水性ポリマー粒子は有機浴媒中に存在しているため、該吸水性ポリマー粒子を繊維質基材上に或いは基材中に配置する際に均一に配置することができる。また、一次粒子の大部分が適度な粒状凝集体とすることができます。

【0019】重合が実質的に終了した吸水性ポリマー粒子懸濁液に水溶性エチレン性不飽和モノマー水溶液を投入して、吸水性ポリマー粒子に水溶性エチレン性不飽和モノマー水溶液を含浸させる際、エチレン性不飽和モノマーの吸水性ポリマーへの含浸効率を高める目的で、必要に応じて、吸水性ポリマー粒子懸濁液の温度コントロール、攪拌強度のコントロール、界面活性剤の除去及び重合用界面活性剤とは異なる界面活性剤で重合用界面活性機能を解き、吸液を著しく促進せることができる界面活性剤の添加等を行なうことができる。

【0020】量 比

投⼊するエチレン性不飽和モノマーの量は、使用する水

溶性エチレン性不飽和モノマーの種類によっても異なるが、吸水性ポリマー粒子100重量部に対し10~300重量部、好ましくは30~200重量部にするのが良い。

【0021】(2) 繊維質基材

本発明において使用される繊維質基材において繊維としては、合成繊維（ナイロン、アクリル、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリエチレン、ポリ塩化ビニル等の疎水性繊維等）、天然繊維（木材パルプ、綿、羊毛等）、半合成繊維（ビスコースレーヨン、アセテート等）、無機繊維（カーボン繊維、チタン繊維等）等を挙げることができる。これらの中では、天然繊維、半合成繊維及び合成繊維が好ましい。繊維質基材の形状としては、繊物状、不織布状、ウエブ状、シート状等を挙げができる。また、基材の厚みは一般に約0.5~2.0mm、好ましくは1~10mm程度、目付け量は約10~500g/m²、好ましくは20~300g/m²程度が適当である。

【0022】(3) 吸水性ポリマー配置工程

本吸水性ポリマー配置工程における、繊維質基材上或いは基材中に、水溶性エチレン性不飽和モノマー含浸吸水性ポリマー粒子を配置させる方法としては、繊維質の性状や形状、或いは、該ポリマー粒子の性状によっても異なるが、塗布、散布、含浸のいずれか、或いは、これらの組み合わせの方法の中より選択される方法である。これら各種方法の中で塗布及び／又は含浸の方法により行なうことが好ましい。該吸水性ポリマー粒子は、水溶性エチレン性不飽和モノマー水溶液を含浸しているため、繊維質基材の繊維に吸着されて凝集的に固定されたり、また、該吸水性ポリマー粒子同志も凝集することにより粒状凝集体となる。本発明におけるこれまでの工程における好ましい方法を例示すると、逆相懸濁重合終了後のスラリーに水溶性エチレン性不飽和モノマーを投入し、この水溶性エチレン性不飽和モノマーをスラリー中の吸水性ポリマーに含浸させた後、このスラリーを基材上或いは基材中に前記方法によって配置した後、このスラリー中に含まれる浴媒を吸引等により除去する方法を挙げることができる。

【0023】(4) エチレン性不飽和モノマー重合工程
本重合工程における、吸水性ポリマー粒子に含浸した水溶性エチレン性不飽和モノマーを重合させる方法としては、加熱、紫外線照射、電磁放射線照射、微粒子イオノ化放射線照射及びこれらの組み合わせを挙げることができる。これらの方法の中では、加熱、紫外線照射及びこれらを組み合わせた方法で行なうことが好ましい。また、エチレン性不飽和モノマーの重合を円滑に進行させるために、水溶性エチレン性不飽和モノマー中に重合開始剤や増感剤等を予め添加するのが好ましく、また、吸水性能を調整するために、架橋剤等の添加剤を予め添加しても良い。なお、吸水性ポリマーを製造する際の重合

を行なった後、速やかに纖維質基材上或いは基材中に配置し、引き続き水溶性エチレン性不飽和モノマーを含浸させてエチレン性不飽和モノマーの重合を行なう場合には、系内に重合ラジカルが残留しているので、新たに重合開始剤を添加する必要はない。この様な重合工程である纖維質基材中で重合や架橋等を行なうためエネルギーコストを低減でき、歩留まりも向上させることができる。

【0024】(5) 後処理工程

本後処理工程においては、上記水溶性エチレン性不飽和モノマーの重合を行なうことによって、基材上或いは基材中に固定された吸水性ポリマーは、通常、乾燥処理によって吸水性ポリマー中の含水率を 20 重量%以下、好ましくは 10 重量%以下とする。この乾燥処理の際、水と共に付着している有機溶媒等と一緒に除去される。更に、吸水性能向上させる目的で表面処理を行なっても良い。また、高吸水性ポリマーの基材上への目付け量としては、1.0 ~ 5.0 g/m²、好ましくは 2.0 ~ 3.0 g/m² 程度が適当である。

【0025】(11) 吸水性複合体

(1) 構造

この様にして製造された本発明の吸水性複合体は、纖維質基材上或いは基材中で、吸水性ポリマー粒子が纖維質基材の各基材繊維の回りに凝集して吸水性ポリマー粒子同志が接着して一体となった二次粒子状の凝集粒状体となつて固定化されている。

【0026】該吸水性ポリマー粒子は、固定化される以前は、元々、その製造時の逆相懸濁重合、逆相乳化重合、水溶液重合等の重合条件等によって、粒子径の大きさが一般に 1.0 ~ 5.0 μm、好ましくは 5.0 ~ 30.0 μm の一次粒子よりなる水溶性エチレン性不飽和モノマー含浸吸水性ポリマー粒子よりもあるものがあるが、この水溶性エチレン性不飽和モノマー含浸吸水性ポリマー粒子を、纖維質基材上或いは基材中に塗布法、散布法、含浸法等の方法、或いは、これらを組み合わせた方法等により配置させることによって、吸水性ポリマー粒子を纖維質基材を構成する各基材繊維の回りに吸着させて、これによって基材繊維の回りに吸着した数個~数百個、好ましくは數個~數十個程度の吸水性ポリマー粒子が凝集して、疑似的に固定された一塊の吸水性ポリマー粒子の凝集粒状体が形成される。

【0027】この吸水性ポリマー粒子の凝集粒状体は、前記一次粒子よりなる水溶性エチレン性不飽和モノマー含浸吸水性ポリマー粒子の上記数の集合体で、吸水性ポリマー粒子の大きさが 1.0 ~ 2.0, 000 μm、好ましくは 5.0 ~ 1.000 μm の二次粒子を形成している。また、これら吸水性ポリマー粒子同志はそれほど硬くないことから一部が互いに面で接している。そして、この様に吸水性ポリマー粒子同志は一部が互いに面で接していることから、基材繊維の回りに凝集した吸水性ポリマー

粒子の凝集粒状体を、加熱、紫外線照射、電磁放熱線照射、微粒子性イオン化放熱線照射等によって重合させることにより、吸水性ポリマー粒子の一次粒子は互いに面で接した部分で水溶性エチレン性不飽和モノマーによる重合や架橋等の化学的結合によって吸水性ポリマー粒子同志が接着し連結して一体化し、より強固な二次粒子を形成することができる。吸水性ポリマー粒子同志が接着し連結して一体化した硬化後の二次粒子は、吸水性ポリマー粒子の一次粒子の凝集による界面を容易に見出だすことができない程に一体となっている。

【0028】(2) 量 比

固定化されている吸水性ポリマー粒子は、纖維質基材上或いは基材中に、1.0 ~ 9.5 重量%、好ましくは 3.0 ~ 9.0 重量%の割合で含有されている。

【0029】(3) 固定化度

固定化された吸水性ポリマー粒子は、吸水性ポリマー粒子の一次粒子が凝集した形で互いに面で接した部分で重合や架橋等の化学的結合によって吸水性ポリマー粒子同志が接着し連結して一体化しているので、吸水性複合体を手で 1.0 回揉んだ前後の吸水性複合体の生理食塩水、すなわち手で 1.0 回揉んだ前の吸水能力を A とし、揉んだ後の吸水能力を B とすると $(B/A) \times 100\%$ が 8.0% 以上である様な強度で固定化されている。吸水性ポリマー粒子は一次粒子の集合体の形で基材繊維に固定化されているので、拡散性に優れており、吸水性に優れいる。特に、本発明の吸水性複合体は、吸水性ポリマー粒子が基材繊維に固定化されているので、紙おむつ等を形成してもポリマーリークが無いし、特に、得られた吸水性複合体を手で 1.0 回程度揉んでも吸水性ポリマー粒子が弱がれ落ちることはない。

【0030】更に、固定化された吸水性ポリマー粒子は、吸水性複合体を吸水させた後でも、吸水性ポリマー粒子同志が凝集して膨潤ゲルとなって基材繊維の回りを取り巻いているので、固定化されていることが解消されることは無いし、吸水した吸水性ポリマー粒子同志が膨潤ゲルとなって大きくなるのでより一層基材繊維と絡み合って固定化されることになる。

【0031】

【実施例】以下に実施例及び比較例を挙げて本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例により限定されるものではない。

(1) 評価方法

実施例及び比較例に記載の生理塩水吸水能、吸水速度、残留未反応モノマー及び屈曲後の生理塩水吸水能は、下記試験法によって測定した数値を指す。

【0032】(1) 生理塩水吸水能

3.00 ml のビーカーに吸水性複合体を 1.0 g 及び濃度 0.9 重量% の食塩水約 200 g をそれぞれ秤量して入れてから、約 4 時間放置して食塩水によってポリマーを十分に膨潤させた。次いで、1.000 メッシュ筋で水切

りをした後、その過食塩水重量を秤量し、下記式に従って * 生理塩水吸水能を算出する。

$$\text{生理塩水吸水能} = \frac{\text{初期食塩水重量 (g)} - \text{最終食塩水重量 (g)}}{\text{初期食塩水重量 (g)}}$$

[0033] (2) 吸水速度

300 ml のビーカーに濃度 0.9 重量% の食塩水約 200 g を秤量して入れる。次に、吸水性複合体を約 1.0 g 秤量し、上記食塩水中に入れる。5 分後、100 メッシュ篩で水切りをした後、その過食塩水重量を秤量し、上記(1)に示した式に基づき生理塩水吸水能を求め、これを吸水速度とする。

[0034] (3) 残留未反応モノマー

吸水性複合体 0.5 g を精粹し、これを 2 リットルのビーカー中のイオン交換水 1 リットルに添加し、約 10 時間攪拌下に十分に膨潤させる。膨潤後のポリマーゲルを 200 メッシュ篩で濾別し、過濾液を高速液体クロマトグラフィーにて分析する。別に既知の濃度を示すモノマー標準液を作り、これにより検量線を作り、この検量線と吸水性複合体中のポリマー分より残留未反応モノマーの絶対濃度を求める。

[0035] (4) 曲屈後の生理塩水吸水能及び吸水性ポリマーの基材への固定化率

吸水性複合体を手で 10 回揉んだ後、前述の生理塩水吸水能測定方法と同様の方法により、曲屈後の生理塩水吸水能を算出した。この数値が前述の生理塩水吸水能の数値に近い程、基材への吸水性ポリマーの付着力が強いことを示す。逆に曲屈後の生理塩水吸水能が小さい程基材からの吸水性ポリマーの脱落が多いことを示す。この時の曲屈前の生理塩水吸水能を A、曲屈後の生理塩水吸水能を B として、吸水性ポリマーの基材への固定化率を $(B/A) \times 100$ (%) として示す。

[0036] [II] 実験例

実験例 1

攪拌機、還流冷却器、滴下ロート、窒素ガス導入管を付設した容量 1 リットルの四つ口丸底フラスコにシクロヘキサン 31.7 g を入れ、これに HLB = 4.7 のソルビタンモノステアレート 1.587 g を添加溶解し、窒素ガス雰囲気下、内温を 20 ℃とした。別に容量 0.5 リットルのコニカルフラスコにアクリル酸 11.6, 2 g に外部より冷却しながら水 5.5, 7 g を加え、更に 2.5% 苛性ソーダ 1.80, 6 g を加えてカルボキシル基の 70 % を中和した。この場合の水に対するモノマー濃度は、中和後のモノマー濃度として 4.0 重量% に相当する。次いで、これに N, N-メチレンビスアクリラミド 0.0935 g、過硫酸カリウム 0.1208 g を加えて溶解し、20 ℃とした。前記の 1 リットルの四つ口丸底フラスコ内容物に、この 0.5 リットルの内容物のうち 9.5, 8 g を添加し、攪拌懸濁した。なお、攪拌はフルゾーン翼を使用し、150 rpm にて行なった。次いで、同じ回転数にて昇温せしめ 55 ℃ 附近で重合が開始

10

し、7.7 ℃ 附近でピークとなった。以後 70 ℃ で 1.5 分間保持した。そして、1.5 分間反応後に重合内容物の温度を 20 ℃ に冷却した。次に、前記 0.5 リットルの残りのモノマー水溶液約 15.6, 7 g を 20 ℃ として前記重合内容物に回転数 200 rpm にて添加した。添加後の内容物は、やや粘稠性のあるスラリー状態となり、添加終了後には 9.5% のモノマー水溶液が含水ポリマーゲル粒子中に含浸していた。

[0037] 次に、この前記スラリーを目付け量 3.0 g /m² のポリエチル製不織布上にドクターナイフにて塗布した後、吸引によりスラリー中に含まれるシクロヘキサンを除去し、100 ℃ の熱風循環乾燥器中に 60 分間放置して含浸した含水ポリマーゲル粒子中の重合性モノマーの重合及び生成したポリマーの脱水を行ない、含水率が 3% の吸水性ポリマーが目付け量 2.00 g /m² 20 で付着した吸水性複合体 A を得た。

[0038] 得られた吸水性複合体 A の生理塩水吸水能、吸水速度、残留未反応モノマー及び曲屈後の生理塩水吸水能を測定した。その結果を表 1 に示す。また、得られた吸水性複合体 A の吸水性ポリマーの粒子構造の状態を光学顕微鏡にて写真撮影し、これを図 1 に示す。得られた吸水性複合体 A の繊維質基材に固定化されている吸水性ポリマー粒子同志が結合した凝集粒状の粒径は、1.0 ~ 1.5 μm の大きさの二次粒子であった。また、この吸水性複合体 A を手で 10 回揉んだ後、再度、光学顕微鏡写真を撮影し、これを図 2 に示す。

[0039] 実験例 2

容量 0.5 リットルのコニカルフラスコにアクリル酸 5.1, 7 g に外部より冷却しながら水 7.7, 1 g を加え、更に 2.5% 苛性ソーダ 8.0, 3 g を加えてカルボキシル基の 70 % を中和した。この場合の水に対するモノマー濃度は、中和後のモノマー濃度として 3.0 重量% に相当する。次いで、これに N, N-メチレンビスアクリラミド 0.0416 g、過硫酸カリウム 0.0537 g を加えて溶解し、20 ℃ とした。このモノマー水溶液 2.0 g, 0.0 g を澱粉・アクリル三塩グラフト共重合架橋物（三洋化成（株）製、サンウェット # 1000）7.8, 3 g に含浸させた。含浸後のポリマーは粘稠性のあるスラリー状態となり 9.6% のモノマー水溶液がポリマー粒子中に含浸していた。

[0040] 次に、この前記スラリーを目付け量 3.0 g /m² のポリエチル製不織布上にドクターナイフにて塗布した後、100 ℃ の熱風循環乾燥器中に 60 分間放置した含水ポリマーゲル粒子中の重合性モノマーの重合及び生成したポリマーの脱水を行ない、含水率が 3% の吸水性ポリマーが目付け量 2.00 g /m² 50 で付着した吸

13

水性複合体Bを得た。得られた吸水性複合体Bの生理塩水吸水能、吸水速度、残留未反応モノマー及び屈曲後の生理塩水吸水能を測定した。その結果を表1に示す。

【0041】実施例3

実施例1において1段目の重合に使用するモノマー水溶液を1.60 g、2 g重合内容物に添加するモノマー水溶液を1.92 gとした以外は実施例1と同様の操作により吸水性複合体Cを得た。なお、含水ポリマーゲル粒子中の重合性モノマーの重合率及び生成したポリマーの脱水を行ない、含水率が3%の吸水性ポリマーが目付け量200 g/m²で付着した吸水性複合体Eを得た。得られた吸水性複合体Eの生理塩水吸水能、吸水速度、残留未反応モノマー及び屈曲後の生理塩水吸水能を測定した。その結果を表1に示す。

【0042】実施例4

実施例1において1段目の重合に使用するモノマー水溶液を2.35 g、2 g重合内容物に添加するモノマー水溶液を1.17 gとした以外は実施例1と同様の操作により吸水性複合体Dを得た。なお、含水ポリマーゲル粒子中の重合性モノマーの含浸率は、9.8%であった。得られた吸水性複合体Dの生理塩水吸水能、吸水速度、残留未反応モノマー及び屈曲後の生理塩水吸水能を測定した。その結果を表1に示す。

【0043】実施例5

攪拌機、遮流冷却器、滴下ロート、窒素ガス導入管を付設した容量1リットルの四つ口丸底フラスコにシクロヘキサン31.7 gを入れ、これにHLB=4.7のソルビタンモノステアレート1.587 gを添加溶解し、窒素ガス雰囲気下、内温を20°Cとした。別に容量0.5リットルのコニカルフラスコにアクリル酸1.16 g、2 gに外部より冷却しながら水5.7 gを加え、更に2.5%苛性ソーダ1.80 g、6 gを加えてカルボキシル基の70%を中和した。この場合の水に対するモノマー濃度は、中和後のモノマー濃度として4.0重量%に相当する。次いで、これにN、N-メチレンビスアクリラミド0.0935 g、過硫酸カリウム0.1208 gを加えて溶解し、20°Cとした。前記の1リットルの四つ口丸底フラスコ内容物に、この0.5リットルの内容物のうち1.95 gを添加し、攪拌懸濁した。なお、攪拌はフルゾーン翼を使用し、150 rpmにて行なった。次いで、同じ回転数にて昇温せしめ5.75°C付近で重合が開始し、7.7°C付近でピークとなった。以後7.0°Cで15分間保持した。そして、1.5分間反応後に重合内容物の温度を5.0°Cに冷却した。次に、前記0.5リットルの残りのモノマー水溶液約1.56 g、7 gに界面活性剤としてポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレンブロックポリマー(HLB=1.0、東邦化学(株)製、ベポールBL184)1.6 gを添加溶解し、2.0°Cとして前記重合内容物に回転数200 rpmにて添加した。添加後の内容物の温度は約4.0°Cになり、やや粘性のあるスラリー状態となり、添加終了後には9.3%のモノマー水溶液が含水ポリマーゲル粒子中に含浸していた。

10 【0044】次に、この前記スラリーを目付け量30 g/m²のポリエステル製不織布上にドクターナイフにて塗布した後、吸引によりスラリー中に含まれるシクロヘキサンを除去し、100°Cの熱風循環乾燥器中に60分間放置し含浸した含水ポリマーゲル粒子中の重合性モノマーの重合及び生成したポリマーの脱水を行ない、含水率が3%の吸水性ポリマーが目付け量200 g/m²で付着した吸水性複合体Eを得た。得られた吸水性複合体Eの生理塩水吸水能、吸水速度、残留未反応モノマー及び屈曲後の生理塩水吸水能を測定した。その結果を表1に示す。

【0045】実施例6

実施例1において目付け量30 g/m²のポリエステル製不織布に代えて目付け量50 g/m²のポリプロピレン製不織布を用いた以外は実施例1と同様の操作により吸水性複合体Fを得た。得られた吸水性複合体Fの生理塩水吸水能、吸水速度、残留未反応モノマー及び屈曲後の生理塩水吸水能を測定した。その結果を表1に示す。

【0046】実施例7

20 実施例1においてドクターナイフによる塗布の代わりにスプレーノズルによる散布方法に代えた以外は実施例1と同様の操作により吸水性複合体Gを得た。得られた吸水性複合体Gの生理塩水吸水能、吸水速度、残留未反応モノマー及び屈曲後の生理塩水吸水能を測定した。その結果を表1に示す。

【0047】実施例8

実施例1において100°Cの熱風循環乾燥器による重合方法に代えて、3000 mJ/cm²の紫外線照射により重合を完了させた後、100°Cの熱風循環乾燥器により脱水し、生成したポリマーの含水率が3%になるまで脱水を行なった以外は実施例1と同様の操作により複合体Hを得た。得られた吸水性複合体Hの生理塩水吸水能、吸水速度、残留未反応モノマー及び屈曲後の生理塩水吸水能を測定した。その結果を表1に示す。

【0048】実施例9

40 攪拌機、遮流冷却器、滴下ロート、窒素ガス導入管を付設した容量1リットルの四つ口丸底フラスコにシクロヘキサン31.7 gを入れ、これにHLB=4.7のソルビタンモノステアレート1.587 gを添加溶解し、窒素ガス雰囲気下、内温を20°Cとした。別に容量0.5リットルのコニカルフラスコにアクリル酸1.16 g、2 gに外部より冷却しながら水5.7 gを加え、更に2.5%苛性ソーダ1.80 g、6 gを加えてカルボキシル基の70%を中和した。この場合の水に対するモノマー濃度は、中和後のモノマー濃度として4.0重量%に相当する。次いで、これにN、N-メチレンビスアクリラミド0.0935 g、過硫酸カリウム0.1208 gを加えて溶解し、20°Cとした。前記の1リットルの四つ口丸底フラスコ内容物に、この0.5リットルの内容物のうち1.95 gを添加し、攪拌懸濁した。なお、攪拌はフル

50

ゾーン翼を使用し、 150 rpm にて行なった。次いで、同じ回転数にて昇温せしめ $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 付近で重合が開始し、 $7\text{ }^{\circ}\text{C}$ 付近でピークとなった。以後 $7\text{ }^{\circ}\text{C}$ で $1\text{ }5$ 分間保持した後、攪拌を停止しデカンターションによりシクロヘキサンを除去した後、同量のシクロヘキサンを追加した。この操作を計 2 回繰り返し、系中のソルビタンモノステアレートを除去した。次に、前記 0.5 リットルの残りのモノマー水溶液約 156.7 g を $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ として前記重合内容物に回転数 200 rpm にて添加した。添加後の内容物は、やや粘稠性のあるスラリー状態となり、添加終了後には 3.5% のモノマー水溶液が含水ポリマーゲル粒子中に含浸していた。

【0049】次に、この前記スラリーを目付け量 $30\text{ g}/\text{m}^2$ のポリエチル製不織布上にドクターナイフにて塗布後、吸引によりスラリー中に含まれるシクロヘキサンを除去し、 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ の熱風循環乾燥器中に 60 分間放置し含浸した含水ポリマーゲル粒子中の重合性モノマーの重合及び生成したポリマーの脱水を行ない、含水率が 3% の吸水性ポリマーが目付け量 $200\text{ g}/\text{m}^2$ で付着した吸水性複合体Iを得た。得られた吸水性複合体Iの生理塩水吸水能、吸水速度、残留未反応モノマー及び屈曲後の生理塩水吸水能を測定した。その結果を表1に示す。

【0050】実施例10

特開平3-2273001号公報記載の方法に基づき重合性モノマー含浸吸水ポリマーを製造した。すなわち、攪拌機、選流冷却器、温度計、窒素ガス導入管を付設した容量 1 リットルの四つ口丸底フラスコにシクロヘキサン 131.7 g を入れ、これにH.L.B.= 3 、 0 の蔗糖ジトリステアレート（三菱化学フーズ（株）製、シュガーエステルS-370） 1.380 g を添加溶解し、内温を $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ とした。別に容量 0.5 リットルのコニカルフラスコに 80 重量%のアクリル酸ナトリウム 2.0 g を取り、外部より冷却しながら 20.1 重量%水酸化ナトリウム水溶液 152.6 g を滴下して 75 モル%の中和を行なった後、過酸化カリウム 0.11 g を加えて溶解した。このアクリル酸部分中和水溶液を四つ口丸底フラスコに加えて分散させ、系内を窒素ガスで十分置换した後、昇温を行ない、浴温を $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ に保持して 1 段目の重合反応を行なった。その重合スラリー液を $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ に冷却し、前記と同様に調整した同量のアクリル酸部分中和水溶液を系内に滴下し、 1 段目生成ポリマーに含浸させて重合性モノマー含浸吸水ポリマー含有スラリーを製造した。添加後の内容物は、やや粘稠性のあるスラリー状態となり、添加終了後には 9.7% のモノマー水溶液が含水ポリマーゲル粒子中に含浸していた。

【0051】次に、この前記スラリーを目付け量 $30\text{ g}/\text{m}^2$ のポリエチル製不織布上にドクターナイフにて塗布した後、吸引によりスラリー中に含まれるn-ヘプタンを除去し、 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ の熱風循環乾燥器中に 60 分間

10

20

30

40

50

放置し含浸した含水ポリマーゲル粒子中の重合性モノマーの重合及び生成したポリマーの脱水を行ない、含水率が 3% の吸水性ポリマーが目付け量 $200\text{ g}/\text{m}^2$ で付着した吸水性複合体Jを得た。得られた吸水性複合体Jの生理塩水吸水能、吸水速度、残留未反応モノマー及び屈曲後の生理塩水吸水能を測定した。その結果を表1に示す。

【0052】実施例11

実施例1においてドクターナイフによる塗布の代わりにスプレーノズルによる散布方法に代え、更に目付け量 $30\text{ g}/\text{m}^2$ のポリエチル製不織布に代えて目付け量 $30\text{ g}/\text{m}^2$ のラップバルブに代えた以外は実施例1と同様の操作により吸水性複合体Kを得た。得られた吸水性複合体Kの生理塩水吸水能、吸水速度、残留未反応モノマー及び屈曲後の生理塩水吸水能を測定した。その結果を表1に示す。

【0053】比較例1

攪拌機、選流冷却器、温度計、窒素ガス導入管を付設した容量 1 リットルの四つ口丸底フラスコにシクロヘキサン 131.7 g を入れ、これにH.L.B.= 4.7 のソルビタンモノステアレート 1.587 g を添加溶解し、窒素ガス等張気下、内温を $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ とした。別に容量 0.5 リットルのコニカルフラスコにアクリル酸 116.2 g に外部より冷却しながら 55.7 g を加え、更に 2.5% 苛性ソーダ 180.6 g を加えてカルボキシル基の 70% を中和した。この場合の水に対するモノマー濃度は、中和後のモノマー濃度として 40 重量%に相当する。次いで、これにN-メチレンビスマクリアミド 0.0935 g 、過硫酸カリウム 0.1208 g を加えて溶解し、 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ とした。前記の 1 リットルの四つ口丸底フラスコ内容物に、この 0.5 リットルの内容物のうち 195.8 g を添加し、攪拌攤搗した。なお、攪拌はフルノーン翼を使用し、 150 rpm にて行なった。次いで、同じ回転数にて昇温せしめ $55\text{ }^{\circ}\text{C}$ 付近で重合が開始し、 $77\text{ }^{\circ}\text{C}$ 付近でピークとなった。以後 $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ で 15 分間保持した。

【0054】この重合終了後の内容物を目付け量 $30\text{ g}/\text{m}^2$ のポリエチル製不織布上にスプレーノズルにより散布した後、吸引によりスラリー中に含まれるシクロヘキサンを除去し、 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ の熱風循環乾燥器中に 60 分間放置し含水ポリマーゲルを含水率が 5% になるまで脱水を行ない、吸水性ポリマーが目付け量 $200\text{ g}/\text{m}^2$ で付着した吸水性複合体Lを得た。得られた吸水性複合体Lの生理塩水吸水能、吸水速度、残留未反応モノマー及び屈曲後の生理塩水吸水能を測定した。その結果を表1に示す。得られた吸水性複合体Lの吸水性ポリマーの粒子構造の状態を光学顕微鏡にて写真撮影し、これを図3に示す。また、この吸水性複合体Lを手で 10 回揉んだ後、再度、光学顕微鏡写真を撮影し、これを図4に示す。

【0055】比較例2

実施例1において1段目の重合が終了した後、重合内容物の温度を70°Cに保持したまま2段目のモノマーを添加した以外は実施例1と同様の操作により吸水性複合体Mを得た。なお、含水ポリマーゲル粒子中の重合性モノマーの含浸率は、20%であった。得られた吸水性複合体Mの生理塩水吸水能、吸水速度、残留未反応モノマー及び崩壊後の生理塩水吸水能を測定した。その結果を表1に示す。

【0056】

【表1】

表 1

	実験結果												比較例	
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12		
吸水性複合体	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	
生理塩水吸水能 A (g/g)	35	28	30	37	36	33	35	34	38	38	40	40	25	
吸水速度 (g/g)	25	20	21	28	25	21	25	22	26	27	25	30	10	
粘度法活性モノマー (ppm)	200	200	300	100	200	200	180	400	150	260	120	50	300	
崩壊後の生理塩水吸水能 B (g/g)	33	26	29	33	32	30	33	32	36	36	39	10	11	
吸水性ポリマーの基材への固定化率 (%)	94	93	97	89	89	91	94	94	95	95	98	25	44	

【0057】

【発明の効果】このような本発明の吸水性複合体は、吸水性ポリマー粒子の大部分が適度な凝集粒状態となって基材上或いは基材中に固定化されているため、紙おむつ等を形成してもポリマーリークが無く、拡散性に優れ、吸水性能等も通常の粉末状高吸水性ポリマーに比較して同等以上であり、また、吸水した後の懸濁ゲルの固定性も良い。更に、吸水性複合体の製造方法においては、繊維質基材中で重合させるため、エネルギーコストを低減でき、歩留まりも向上させることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】図1は、本発明の実施例1によって製造された

吸水性複合体の吸水性ポリマーの粒子構造の状態を示す光学顕微鏡写真である。

【図2】図2は、図1の吸水性複合体を手で10回揉んだ後の吸水性ポリマーの粒子構造の状態を示す光学顕微鏡写真である。

【図3】図3は、比較例1によって製造された吸水性複合体の吸水性ポリマーの粒子構造の状態を示す光学顕微鏡写真である。

【図4】図4は、図3の吸水性複合体を手で10回揉んだ後の吸水性ポリマーの粒子構造の状態を示す光学顕微鏡写真である。

[図1]

[図2]

前面代用写真



前面代用写真



[図3]

[図4]

前面代用写真



前面代用写真

